

研究課題別事後評価結果

1. 研究課題名： ナノ構造解析のための立体原子顕微鏡の開発

2. 研究代表者名及び主たる研究参加者名(研究機関名・職名は研究参加期間終了時点)

研究代表者

大門 寛 (奈良先端科学技術大学院大学物質創製科学研究科 教授)

3. 研究内容及び成果

ナノテクノロジーの発展によって、ナノサイズの素子が使用されるようになってきたが、適当な評価技術がない。透過電子顕微鏡の分解能は原子像が見えるほど高いが、原子配列の投影像が得られるだけで、立体的な原子配列や電子状態の情報は得られないものであった。物質はサイズが小さくなると、大きな時とは異なる原子配列や性質を示すようになるため、微小領域の原子配列や性質を直接評価できる顕微鏡の開発が望まれている。本研究は原子配列構造を理論計算を援用することなく直視し、立体的に解析できる顕微鏡を開発するため、「立体原子顕微鏡」の技術確立し、より簡便に測定できる小型で高性能の分析器を製作するとともに、見たいところを選べるようにするため、低倍率での顕微鏡像も得られる顕微鏡機能システムの基礎的な開発を進めることが目的である。共同研究グループはない。

(1) 検証実験

[検証実験]においては、立体原子写真の測定例を増やし、短い時間できれいな像の測定ができるようにすることが目的である。立体原子写真の技術は、発明されたばかりであり、どのような試料が測定に向いているか、どのような測定条件できれいに撮れるか、などの技術としての確立を行う必要があった。また、従来は、1枚の写真の測定するのに1時間程度かかっていたため、使いづらいものであった。多くの測定をするためには、短時間で測定できるように装置を改良する必要もある。

試料の汎用性についての検証

s軌道からの光電子は角運動量が小さいので観測には不向きであったが、s軌道しか持たない元素(炭素、ボロン)について実験を行い、グラファイトやダイヤモンドおよびダイヤモンドに微量にドーブされたボロンの立体原子写真をきれいに撮れることを証明した。このことは、測定対象元素には制限が無いことを示しており、立体写真の技術の応用性を大きく高めた。

測定精度の向上

立体原子写真における前方散乱ピークの回転角の入射光エネルギー依存性について詳しく解析し、晶帯軸とピークが重なっているときには、前方散乱ピークと回折ピークを分離することにより原子位置を正確に求められることを明らかにした。この成果は、立体写真の精度を高め、本研究の価値を高める上で貴重なもので、世界でも初めての成果であり、オリジナリティが高い。

測定時間の短縮のための装置の改良

分析器の阻止グリッドの改良とともに、電極の補修なども行うことにより、装置の透過率を従来の10倍に高めて測定時間を従来の10分の1(光電子強度が高い物質では1秒~10秒、Auger電子はさらに強度が高いので、0.1秒~1秒)に短縮することに成功し、きれいなデータが短時間で測定できるようにした。この成果は、ゆっくりした変化であれば実時間で立体構造が測定できるようになったことを示しており、意義のあるものである。

(2) 小型分析器の製作

多くの人にとって使いやすい小型で高性能の分析器の作成を目標として、改良を行った。

高エネルギー分解能の外球の設計・製作

小型でもエネルギー分解能の高い分析器とするため、多くの電極をもつマシナブルセラミック製の外球を作成した。電極の数を従来の26から156に増やし、滑らかさを増すことによって分解能を高めた。内面にはグラファイトを塗布した。直径が30cm程度の大きさであり、従来の60cmのものよりも大幅に小さい。

サイズ可変アパチャーの開発

エネルギー分解能や角度分解能を決めているアパチャーの大きさを、真空外から回転導入端子により0から10mmの範囲で変えられるようにした。真空の外から変化させられる可変絞りは国内では初めての試みと思われる。

コンピュータ制御によるアパチャー等の位置制御

アパチャーおよびMCPと蛍光スクリーンの位置調整を真空内に設置した真空モーターにより、コンピュータでできるようにした。このことにより、再現性が高くなり、簡単に使用できるようにした。

小型電子銃の開発

全長44mm、外径12mmと、組み立て式のフィラメントの交換が容易な小型電子銃を設計・製作した。小型電子銃は、組み立て式電子銃としては世界最小と思われる。さらに、SEM(走査電子顕微鏡)像をとり、これから12ミクロンの分解能が得られることを確認した。

(3) 顕微鏡機能の開発

立体原子写真法をナノ構造の解析などの応用分野に適用するためには、低い倍率で像も見えるような機能を付加し、見たいところを選べるようにする必要がある。広角対物レンズを含むレンズシステムを試料と分析器の間に挿入することにより、微小領域の解析ができるようになり、各種分析や基礎物性の解析に適用しやすくなった。

試料に面するところに、回転楕円体に近い形状のメッシュを置くことにより、 $\pm 50^\circ$ の広い範囲の電子をほぼ一点に収束することに成功した。この広角対物レンズにより、5倍の拡大像が観測され、分解能は23ミクロン以下を達成した。回転楕円体メッシュの高精度作成法を種々検討している。上記の開発した広角対物レンズを基にしたレンズシステムと全体を組み合わせた顕微鏡機能を持つシステムを設計製作した。

4. 事後評価結果

4-1. 外部発表(論文、口頭発表等)、特許、研究を通じての新たな知見の取得等の研究成果の状況

原著論文		招待講演		通常講演		ホスター発表		その他		特許出願	
国際	国内	国際	国内	国際	国内	国際	国内	国際	国内	国際	国内
32	0	6	6	20	73	31	29	1	10	1	4

原子の立体視には、世界的に見て高いオリジナリティがある。これまで評価できる元素が限られていたが全元素を評価できるようになったこと、測定速度が向上し動画に近い像をほぼリアルタイムで測定できるようになったこと、小型分析器の開発に成功したことは優れた成果である。本CREST研究でなされた独自設計の広角対物レンズを有する光電子分析器、小型高分解能分析器、超小型電子銃は、いずれも、原子立体視を進めるために開発されたものであるが、それぞれ独立した成果としても優れている。

装置開発という範囲の狭いテーマであり、共同研究グループがないことを考慮すると、論文発表、学会発表は適正に行われている。特許に関しては、企業との共同出願もあり、広角対物レンズ等の重要な成果が適切に出

願されている。

4 - 2 . 成果の戦略目標・科学技術への貢献

s軌道しか持たない元素(炭素、ボロン)についても原子の立体像がきれいに取れることを示して、開発した装置の汎用性を実証したことは、物質の構造解析に有力な手段を提供するもので、科学的、技術的に大きな成果であり、社会的、学問的インパクトは大きい。視覚情報は雄弁であるので、研究代表者が主張するように微小領域科学の進展に大きく貢献するであろう。極めてユニークな研究成果であり、他の追随を許さないというのが現状と思われる。開発された分析器などの市販化等にも本チームは積極的であるので、普及も期待される。

今後、顕微鏡機能が実現されれば、組成と構造を同時に分析できる強力なツールとなり、科学的技術的インパクトがさらに大きくなる。

4 - 3 . その他の特記事項(受賞歴など)

・基礎科学や計測技術への貢献に加えて、国立科学博物館での原子配列の立体写真展示は、科学技術への興味と理解増進に大きな貢献をしたと言える。

・広角対物レンズの技術は、海外企業と特許実施準備契約を締結して、すでに契約料が納付されていること、また、広角対物レンズは、エネルギー分解能が低いのが、従来よりも簡単な構成で使いやすい新しい二次元表示型分析器として使用できる可能性があり、CREST研究員がベンチャー企業(株Daisy Micro Tech)を設立し実用化を進めていることなど、実用化に向かって努力していることを特筆しておく。

・受賞

日本物理学会若手奨励賞など国内外で7件受賞